

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-111582

(43)Date of publication of application : 28.04.1998

---

(51)Int.Cl.

G03G 9/087  
G03G 9/08

---

(21)Application number : 08-281576

(71)Applicant : CANON INC

(22)Date of filing : 04.10.1996

(72)Inventor : AOTO HIROSHI  
AYAKI YASUKAZU  
FUKUI TETSURO

---

### (54) TONER FOR DEVELOPING ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE AND ITS PRODUCTION

#### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a toner using a polyester resin advantageous to thermal characteristics especially such as low-temp. fixability, preservation stability, etc., as the component of the resin binder, capable of faithfully reproducing a digital image and having a small particle diameter and narrow particle size distribution and to obtain a toner using a polyester resin having an almost uniform particle shape as the main component of the resin binder capable of prolonging the service lives of a photosensitive drum and a cleaning blade.

**SOLUTION:** This toner is a spherical toner for developing an electrostatic charge image contg. at least a resin binder and a colorant. The main component of the resin binder is a polyester resin, the vol. average particle diameter of the toner is in the range of 1.0-10 $\mu$ m and the ratio of the vol. average particle diameter to the number average particle diameter is 1.00-1.40.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP) (12)公開特許公報(A) (11)特許出願公開番号  
特開平10-111582  
(43)公開日 平成10年(1998)4月28日

(51)Int.Cl. <sup>4</sup>	識別記号	F I	G 0 3 G	9/08	3 3 1
G 0 3 G					
9/087					
9/08					
					3 7 2
					3 8 4
審査請求 未請求 請求項の数 7 F D (全 11 頁)					

(21)出願番号	特開平8-281576	(71)出願人	000001007 キヤノン株式会社
(22)出願日	平成8年(1996)10月4日	(72)発明者	青砥 寛 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
		(72)発明者	榊木 保和 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
		(72)発明者	福井 哲朗 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
		(74)代理人	弁理士 吉田 勝広 (外1名)

(54)【発明の名称】 静電荷像現像用トナー及びその製造方法

(57)【要約】  
【課題】 特に低温定着及び保存安定性等の熱特性に有利なポリエステル樹脂を結着剤樹脂の主成分に用いた、デジタリ画像の忠実な再現を可能とし得る、小粒径で粒度分布の狭い静電荷像現像用トナー、及び感光体ドラム及びクリーニングブレードの寿命を延ばし得る、均一な粒子に近い形状のポリエステル樹脂を結着剤樹脂の主成分として用いた静電荷像現像用トナーの製造方法の提供。  
【解決手段】 少なくとも結着剤樹脂と着色剤とを有する静電荷像現像用球形トナーであって、結着剤樹脂の成分がポリエステル樹脂であり、且つトナーの体積平均粒径(D<sub>v</sub>)の値が1.0μm〜10μmの範囲内にあり、体積平均粒径と個数平均粒径(D<sub>n</sub>)との比の値D<sub>v</sub>/D<sub>n</sub>が1.00〜1.40であることを特徴とする静電荷像現像用トナー、及びその製造方法。

(2)

1  
【特許請求の範囲】  
【請求項1】 少なくとも結着剤樹脂と着色剤とを有する静電荷像現像用球形トナーであって、結着剤樹脂の主成分がポリエステル樹脂であり、且つトナーの体積平均粒径(D<sub>v</sub>)の値が1.0μm〜10μmの範囲内にあり、体積平均粒径と個数平均粒径(D<sub>n</sub>)との比の値D<sub>v</sub>/D<sub>n</sub>が1.00〜1.40であることを特徴とする静電荷像現像用トナー。  
【請求項2】 トナーの形状係数SF-1が、1.00〜1.40の範囲内である請求項1に記載の静電荷像現像用トナー。  
【請求項3】 体積平均粒径と個数平均粒径との比の値D<sub>v</sub>/D<sub>n</sub>が、1.00〜1.15である請求項1に記載の静電荷像現像用トナー。  
【請求項4】 トナーの形状係数SF-1が、1.00〜1.25の範囲内である請求項2に記載の静電荷像現像用トナー。  
【請求項5】 トナーの粒子表面に、ポリエステル樹脂以外の異種高分子化合物を有する請求項3又は請求項4に記載の静電荷像現像用トナー。  
【請求項6】 トナーの粒子表面に、ポリエステル樹脂以外の異種高分子化合物を0.001〜2.000重量%の範囲で有する請求項5に記載の静電荷像現像用トナー。  
【請求項7】 ポリエステル樹脂の合成材料となるモノマーを用い、該モノマーを溶解するがそのモノマーからなる重合体は膨潤するか又はほとんど溶解しない高分子化合物溶液中に上記モノマーを入れて該モノマーを溶解した後、モノマーを重合させることによって主成分がポリエステル樹脂であるトナーを製造することを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。  
【発明の詳細な説明】  
【0001】  
【発明の属する技術分野】 本発明は、電子写真、静電記録、静電印刷等における静電荷像を現像するための静電荷像現像用トナー及び該トナーの製造方法に関する。  
【0002】  
【従来の技術】 従来より、電子写真法は、米国特許第2,297,691号明細書に記載されていることと多数の方法が知られている。電子写真法は、一般には、光導電性物質を利用し、種々の手段で感光体上に電氣的潜像を形成し、次いで該潜像をトナーを用いて現像してトナー画像とし、該トナー画像を必要に応じて選択された紙等の被転写部材上に転写した後、加熱、圧力、或いは溶剤蒸気等により定着させて複写物を得るものである。トナー画像を定着する方法としては、現在では、熱ローラ定着法が、高速化に対応することができ、又、定着レベルの安定性及び安全性等の理由から最も広く使用されている。この熱ローラ定着法においては、トナー画像が形成されている被転写部材を、約160〜200℃の加

2  
圧された2つのローラ間に送り込んでトナー画像を溶融定着させている。しかし、この方法ではローラの加熱に多くの電力を必要とするので、省電力化を進める為、低温定着トナーの開発が盛んに行われている。  
【0003】 低温定着トナーには、トナー粒子が保存時に凝集を起こすことがないような保存安定性が要求され、且つ、可能な限り低い定着温度で実用に充分に耐え得る定着レベルを達成することが必要とされる。ここで保存安定性は、DSCにより測定したガラス転移温度との間で相関関係がみられ、又、トナーの最低定着温度は、フロースターにより測定したトナーの軟化温度との間で相関関係がみられる。即ち、ガラス転移温度が高く軟化温度が低い、換言すれば、ガラス転移温度と軟化温度との差が小さいトナーほど低温定着には適していると考えられる。  
【0004】 従来、トナーの製造に用いられる結着剤樹脂としては、例えば、ポリエステル樹脂、スチレン樹脂、アクリル樹脂、エポキシ樹脂等があるが、通常のトナーにおいては、これらの中でスチレンとアクリル酸エステルの共重合体からなる樹脂が最も一般的に使われている。これに対して、低温定着トナーにおいては、上述したような熱特性を満たし易い樹脂である、例えば、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂等を用いることが好ましい。一方、近年、潜像の忠実な再現を目指してトナーの小粒径化が進んでいる。しかしながら、トナーが小粒径になると、紙の繊維の間に入り込んだトナー粒子が定着ローラの熱が十分に伝わらなくなり、定着が悪くなるのが一般的である。即ち、小粒径トナーを用いる場合には、特に、低温で定着し易い結着剤樹脂を用いることが必要となり、ポリエステル樹脂及びエポキシ樹脂を用いることが有利となる。  
【0005】 一般にトナーは、結着剤樹脂、着色剤、荷電剤、及びその他必要な添加剤を溶融混練して充分に分散させた混練物を冷却した後、得られた冷却物を粗粉砕及び微粉砕して、更に所定の粒度分布に分级して製造されるのが一般的である。しかし、この粉砕法によって小粒径トナーを製造した場合には、分级過程において粒度分布を狭く保つことが困難であり、又、十分な収率を得ることも難しい。この問題点を解決するため、スチレン樹脂、アクリル樹脂等のビニル系樹脂を用いたトナーにおいては、小粒径トナーを効率よく製造することのできる重合法によるトナーの製造方法が提唱されている。しかしながら、ポリエステル樹脂のような縮合系樹脂をトナーの結着剤樹脂に用いる場合には、粒度分布の狭い小粒径トナーを効率よく製造する方法は見いだされていない。  
【0006】 一般に、10μmより大きい粒径のトナーを用いて画像形成を行った場合には、得られる画像の画像部と非画像部との境界にトナーの飛び散りがみられ、特に、微小ドットやライン画像の正確な潜像再現が困難

50









(9)

15  
【0051】得られた重合体粒子について、実施例1と同様にして粒度分布測定、走査型電子顕微鏡による形状観察、形状係数SF-1の測定、THF可溶分の分子重量測定を行った。この結果を表1にまとめて示した。

又、上記で得られた重合体粒子について、粒子表面におけるポリエステル樹脂以外の異種高分子化合物の存在の有無を確認するために、上記重合体粒子の赤外線吸収スペクトルを透過法とATR法とにより測定した。透過法による赤外線吸収スペクトルにおいては、エステル結合による赤外線吸収が見られた。一方、ATR法による赤外線吸収スペクトルは、エステル結合による吸収は極めて弱く、ポリスチレンの赤外線吸収スペクトルとほぼ一致していた。このことより、得られた粒子の主成分はポリエステル樹脂であるが、粒子表面には重合時に使用した高分子化合物であるポリスチレンを吸着していることが確認された。又、抽出溶媒としてトルエンを用いて上記重合体粒子のソックスレー抽出を行い、トルエン可溶物を単

- ・1, 4-ブタンジオール
- ・トリエチルアミン
- ・スチレン-メタクリル酸メチル共重合体(共重合組成比=2:1) 30重量部
- ・銅フタロシアニン顔料
- ・ジ-tert-ブチルサルチル酸のクロム錯塩
- ・ベンゼン

16  
【0053】実施例3  
以下のようにして静電荷電現像用トナーを作製した。先ず、攪拌装置、環流冷却器、窒素導入管を備えた滴下漏斗を取り付けたフラスコを窒素置換した後、以下の組成物をフラスコに入れて、窒素を流しながら充分に攪拌した。

- 30重量部
- 35重量部
- 30重量部
- 6.6重量部
- 4.2重量部
- 270重量部

※、上記の成分と共に溶解させた。

180重量部

★レーン抽出により分離した異種高分子化合物について、赤外線吸収スペクトルとNMRの測定を行って解析したところ、上記異種高分子化合物はスチレン-メタクリル酸メチル共重合体であった。

【0056】上記で得られた重合体粒子を実施例1と同様にして外添処理を行い、本実施例のトナーを得た。更に、得られたトナーを、実施例1と同条件でキャリアと混合し二成分系現像剤を得た。この得られた現像剤を用いて、実施例1と同様に、①トナー飛び散り、②ライニング性、③非面像部の再現性、④耐ブロッキング性、⑤最低定着温度の評価を行った。この結果を表2に示した。

【0057】実施例4  
以下のようにして静電荷電現像用トナーを作製した。先ず、攪拌装置、環流冷却器、窒素導入管を備えた滴下漏斗を取り付けたフラスコを窒素置換した後、以下の組成物をフラスコに入れて、窒素を流しながら充分に攪拌した。

- 70重量部
- 40重量部

★  
スチレン-アクリル酸ブチル共重合体(共重合組成比=3:1) 35重量部

(10)

- 17  
・銅フタロシアニン顔料
- ・ジ-tert-ブチルサルチル酸のクロム錯塩
- ・ベンゼン

18  
【0058】次に、下記の組成成分を充分攪拌して溶解させた後、上記のフラスコの中に約15分かけて滴下し\*

- 55重量部
- 5重量部
- 90重量部
- 90重量部

※、上記の成分ととも溶解させた。

10※を算出した。その結果を表1に示す。更に、上記のソックスレー抽出により分離した異種高分子化合物について、赤外線吸収スペクトルとNMRの測定を行って解析したところ、上記異種高分子化合物はスチレン-アクリル酸ブチル共重合体であった。

【0060】上記で得られた重合体粒子を実施例1と同様にして外添処理を行い、本実施例のトナーを得た。更に、得られたトナーを、実施例1と同条件でキャリアと混合し二成分系現像剤を得た。この得られた現像剤を用いて、実施例1と同様に、①トナー飛び散り、②ライニング性、③非面像部の再現性、④耐ブロッキング性、⑤最低定着温度の評価を行った。この結果を表2に示した。

【0061】比較例1  
実施例1で用いたと同様の組成成分とアルコール成分とを用いて以下のポリエステル樹脂からなる粉砕トナーを作製した。

- 49重量部
- 4.7重量部
- 75重量部

★  
先ず、上記の組成成分を4つフラスコに入れ、窒素気流下200℃以上で脱水反応を行って、ポリエステル樹脂を得た。得られたポリエステル樹脂に実施例1で使用したと同様の着色剤及び荷電制御剤を加え、ニーダーで溶融混練して得られた混練物を冷却した後、選別機を粗粉砕した後、更に、エアージェット方式による微粉砕機で微粉砕した。その後、微粉砕物を分級し

【0062】この得られた分級後の微粉砕物について、実施例1と同様にして粒度分布測定、走査型電子顕微鏡による形状観察、形状係数SF-1の測定、THF可溶分の分子重量測定を行った。この結果を表1にまとめ\*

- 82重量部
- 18重量部
- 5重量部
- 4重量部
- 0.8重量部
- 5重量部

※  
先ず、上記の物質を充分に混合し、これを下記の組成からなる物質が混合された混合物に加えてホモミキサーを用いて懸濁造粒した。

(11)

19

- ・水
- ・炭酸カルシウム
- ・ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム

20

- 400重量部
- 6重量部
- 0.01重量部

【0064】懸濁造粒した後に70℃に昇温し、10時間重合反応を行った。得られた反応物を希酸で処理した後、1μmのフィルターで濾過した。濾過物を水で希釈し、再び1μmのフィルターで濾過した。更に、濾過物をメタノールで希釈し、1μmのフィルターで濾過した。次にこれを24時間減圧濾過し重合体粒子を得た。

【0065】この得られた重合体粒子について、実施例1と同様にして粒度分布測定、走査型電子顕微鏡による形状観察、形状係数SF-1の測定、THF可溶分分子重量分布測定を行った。この結果を表1にまとめて示す。

【表1】測定結果

【表1】表1：測定結果

	粒度分布	形状	SF-1	分子重量分布	ポリエステル以外の異種高分子含有量 (wt%)
	Dv	Dn		Dv/Dn	
実施例1	4.33	4.05	1.07	ほぼ球形	118 32000 18000 0.227
実施例2	4.50	4.16	1.11	ほぼ球形	123 41000 22000 0.071
実施例3	5.07	3.96	1.28	ほぼ球形	133 27000 17000 0.153
実施例4	4.88	3.64	1.34	ほぼ球形	145 35000 19000 0.748
比較例1	11.50	4.11	1.65	不定形	182 40000 21000 -
比較例2	6.36	4.21	1.51	ほぼ球形	134 38000 12000 -

【0067】

※【表2】評価結果

	トナーの飛散り		ライン画像再現		非画像部カブリ		最低定着温度(℃)		帯電特性
	初期	2万枚	初期	2万枚	初期	2万枚	初期	2万枚	
実施例1	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例2	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例3	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例4	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
比較例1	△	△	×	×	○	△	×	×	◎
比較例2	○	○	△	△	△	×	×	×	△

【0068】尚、表中の記号は、夫々下記に挙げる評価を意味する。

- ◎：極めて良好
- ：良好
- △：やや問題がある
- ×
- ××：極めて悪い

【0069】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、小粒径でありながら粒度分布がシャープで、帯電分布が狭い静電潜像の忠実な再現性を有する優れた静電荷像現像用トナーが提供される。又、本発明によれば、低温定着性、保存安定性、耐オフセット性等の熟特性に優れたデジタル画像の忠実な再現をも可能とし得る静電荷像現像用トナーが提供される。更に、本発明によれば、従来に比べて感光体ドラムの寿命及びクリーニングブレードの寿命を延ばすことのできる、均一な粒子に近い形状の静電荷像現像用トナーが得られる製造方法が提供される。